

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-72936

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月17日

C 03 B 37/014  
// G 02 B 6/00

3 5 6

Z-8821-4G  
A-7036-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 光ファイバ用母材の製造方法

⑯ 特 願 昭62-229498

⑰ 出 願 昭62(1987)9月16日

⑱ 発 明 者 遠 藤 茂 樹 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社  
横浜製作所内

⑲ 発 明 者 斎 藤 達 男 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社  
横浜製作所内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外3名

明 細 書

1. 発明の名称

光ファイバ用母材の製造方法

2. 特許請求の範囲

- (1) ガラス原料ガスを加熱反応させてガラス微粒子を合成し、これを回転する出発材上に堆積・成長させて多孔質母材を作製し、該多孔質母材をH<sub>2</sub>雰囲気中で加熱することにより透明ガラス体を得る光ファイバ用母材の製造方法において、該多孔質母材内に残留するガスをH<sub>2</sub>で置換した後に透明ガラス化することを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法。
- (2) 特許請求の範囲第1項において、該多孔質母材内に残留するガスのH<sub>2</sub>での置換は、該多孔質母材を収容する容器内を減圧にし、しかる後に該容器内にH<sub>2</sub>を供給して行なう光ファイバ用母材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は光ファイバ用母材製造における、多

孔質母材のガラス化工程の改良に係わるものである。

〔従来の技術〕

従来の光ファイバ用母材の製法としては、VAD法(気相軸付法)、OVD法(外付け法)等の、原料ガスを加熱反応させてガラス微粒子を合成し、これを回転する出発部材の下方、又は周囲に堆積し成長させて多孔質母材を作製し、これをガラス化温度まで加熱して透明ガラス体を得る方法が知られている。

この種の方法における多孔質母材の透明ガラス化技術としては、多孔質母材を反応容器内に挿入・収納した後、直ちにガラス化温度に昇温してH<sub>2</sub>ガスを供給するか、または例えば56-88836号公報に示されるように、ハロゲンまたはハロゲン化合物を含み、脱水作用を有するガス雰囲気中で950℃~1250℃に30分以上保持することにより、脱水処理を行ない、残留OH基量を0.1ppm以下まで低減させた後、温度をガラス化温度まで上昇させ透明ガラス体

を得る方法がとられていた。

〔発明が解決しようとする問題点〕

ところで、上記の従来技術により得た透明ガラス体には、気泡が残留することがあるという問題があつた。この気泡残留の防止策が種々検討されているものの、未だ完全には解消されていない。

本発明は多孔質母材を透明化する工程を改良して、気泡残留のない高品質な光ファイバ用母材を製造できる方法を提供することを目的として、なされたものである。

〔問題点を解決するための手段及び作用〕

本発明は、ガラス原料ガスを加熱反応させてガラス微粒子を合成し、これを回転する出発材上に堆積・成長させて多孔質母材を作製し、該多孔質母材をHe雰囲気中で加熱することにより透明ガラス体を得る光ファイバ用母材の製造方法において、該多孔質母材内に残留するガスをHeで置換した後に透明ガラス化することを経験とする光ファイバ用母材の製造方法である。

質母材12全体がヒーター10の中心を通過後、第4図のごとく $CO_2$ の供給を停止し、ただちに炉温をガラス化温度まで上昇させ、多孔質母材12全体をヒーター10の中心を通過させつつ透明化を行う。多孔質母材12に対するHeの拡散時間は第5図に示すように多孔質母材外径が大きくなればなる程長時間となり、直径100mmを超える太径母材では、多孔質母材中心までHeが拡散してゆくのに30分以上を要してしまふ。しかしながら、従来法では $CO_2$ 供給停止から透明化までの時間が短かいため、多孔質母材内に十分Heが拡散せず、従つて多孔質母材内に $CO_2$ が残留したまま透明化され、この残留した $CO_2$ が気泡となつてしまつていた。

本発明では第1図のごとく炉温を脱水処理温度まで上昇させ、Heおよび脱水作用を有するガスとして、 $CO_2$ を反応容器内に供給し、脱水工程にて残留水分を0.1ppm以下まで除去する。しかる後に $CO_2$ の供給を止め、炉温は脱水工程の温度のままHeのみを供給し、十分時間をかけ

本発明の特に好ましい実施態様としては、該多孔質母材内に残留するガスのHeでの置換は、該多孔質母材を収容する容器内を減圧にし、しかる後に該容器内にHeを供給して行なうことが挙げられる。

本発明者らは多孔質母材の透明化方法と特に気泡残留の発生原因について研究を重ねた結果、多孔質母材内にHe以外の、例えば $O_2$ 、 $N_2$ 、 $H_2O$ 、 $HCl$ 、 $CO_2$ 等のガスが残留している場合に、これ等のガスが透明ガラス体内に取り込まれ気泡として残つてしまうことに気付き、これをHeで置換することを考え、実際にこのHe置換で気泡残留が抑えられることを見出した。

以下図面を参照して詳細に説明する。

第3図は脱水・透明化工程を説明する概略図であつて、ヒーター10により炉温を常温から脱水温度まで昇温させ、He、 $CO_2$ ガスを反応容器11内に供給し、多孔質母材12全体がヒーター10の中心を通過するよう多孔質母材12を下降あるいは上昇させる。従来法では、多孔

質母材内に残留する $CO_2$ をHeで置換する。具体的には再度多孔質母材12全体をヒーター10の中心を通過するよう上昇又は下降を行なう。このHe置換工程により、多孔質母材内の $CO_2$ がHeにより完全に置換される。その後炉温をガラス化温度まで昇温し、He流量はそのままとして透明化を行う。 $CO_2$ はHeで完全に置換されたため、透明化した母材に $CO_2$ による気泡の発生がなくなるわけである。

さらに本発明は第2図に示すように、He置換工程の必要時間を短縮させることを目的とし、Heの拡散速度を早める手段として、多孔質母材を減圧する工程を脱水工程の後に入れることも好ましい。脱水工程終了後、He、 $CO_2$ の供給を停止し、真空ポンプ等の装置にて反応容器10内を $10^{-2} \sim 10^{-4}$  torrに減圧することにより多孔質母材を減圧し、Heも含めて、多孔質母材内のガスを除去する。減圧保持時間は0.5時間程度でよい。しかるのちに、Heを供給し多孔質母材内の $CO_2$ をHeに置換するわけである。この

方法により、Heの置換時間が大巾に低減される。次にHe雰囲気のままガラスの透明化温度に昇温し、透明化を行うものである。

本発明の脱水工程は、一般に温度1000～1070℃の範囲で、脱水ガスとしてはハロゲン系化合物ガス例えば $Cl_2$ 、 $SOCl_2$ 等を脱水ガスとして用いて、Heガス中 $Cl_2$ 換算で1～10モル%程度の範囲で行なわれる。処理時間は、1.5～2.5時間程度が好ましいが、多孔質母材のカサ密度やサイズに応じて適宜調整することは言うまでもない。

本発明におけるHe置換工程は一般に、温度1000～1070℃の範囲でHeガス100%雰囲気として行なり。処理時間は0.8～1.2時間程度であるが、予め $1.0^{-2}$ ～ $1.0^{-4}$  torrの減圧処理を行なう場合にはHe供給・置換工程に要する時間は短かくてよい。

本発明における透明化処理の一般的な条件は温度1700℃以上とし、He100%雰囲気で行なうことが好ましい。

#### 実施例1

比較例1と同様に作製した同サイズの純 $SiO_2$ 多孔質母材について、本発明により、表2の条件で脱水、He置換、透明化して透明母材を得た。該透明母材（本発明品）中の気泡量が比較例1の場合の1/10に減っていることが、目視により確認された。

表 2

条件 \ 工程	脱水工程	He置換工程	透明化工程
炉 温	1070℃	1070℃	1700℃
処理時間	2 hr	1 hr	1 hr
$Cl_2$ (モル%)	6 %	0 %	0 %
He (モル%)	94 %	100 %	100 %

#### 実施例2

実施例1におけるHe置換工程の前に $1.0^{-3}$  torrの減圧工程を加えて行つた。各処理条件は表3に示すとおりで、純 $SiO_2$ 多孔質母材の製法・サイズ・脱水処理・透明化処理はいずれも実施例1と同じにした。得られた透明母材（本発明

品）は、本発明方法を適用する多孔質ガラス体としては、後記実施例に示す純 $SiO_2$ からなるもののみならず、 $SiO_2$ に添加物を含む組成のものであつてもよい。このような多孔質体としては、VAD法、OVD法等の公知技術により製作したものが挙げられる。

#### 【実施例】

##### 比較例1

VAD法により、外径130mm、長さ650mmの純 $SiO_2$ 多孔質母材を作製し、下配表1の条件で脱水処理し、そのまま透明化処理雰囲気に切りかえて透明化した。得られた透明光ファイバ用母材中には気泡が目視により確認された。

表 1

条件 \ 工程	脱水工程	透明化工程
炉 温	1070℃	1700℃
処理時間	2 hr	1 hr
$Cl_2$ (モル%)	6 %	0 %
He (モル%)	94 %	100 %

品）は実施例1と同程度の気泡量で、比較例1の約1/10に減っていることが確認できた。製造時間は実施例1より短かくてすんだ。

表 3

条件 \ 工程	脱水工程	減圧工程	He置換 (供給)工程	透明化 工程
炉 温	1070℃	1070℃	1070℃	1700℃
処理時間	2 hr	0.5 hr	0.1 hr	1 hr
$Cl_2$ (モル%)	6 %	0 %	0 %	0 %
He (モル%)	94 %	0 %	100 %	100 %

#### 【発明の効果】

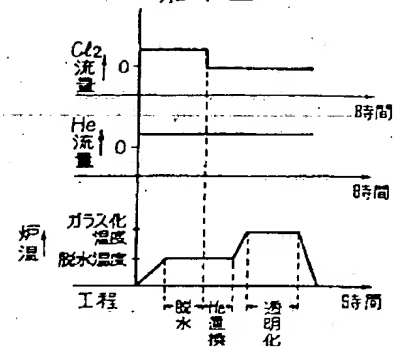
以上説明したように、本発明は光ファイバ用多孔質母材をガラス化する際、多孔質母材内に残留している脱水作用を有するガス、その他のガスをHeで置換し、ガラス化することにより、光ファイバ用ガラス母材内に発生する気泡を低減させることができる。したがって本発明は光ファイバ等高純度のガラス製造の分野で利用すると効果的である。

## 4 図面の簡単な説明

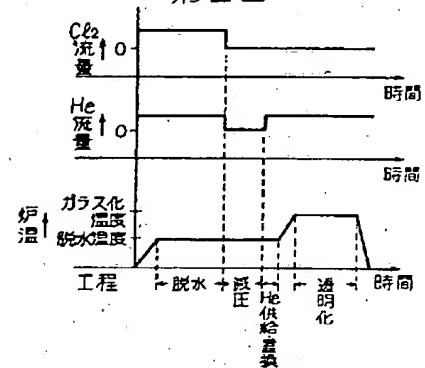
第1図及び第2図は本発明の光ファイバ母材製造方法における各工程順に炉温と雰囲気条件の関係を一つにまとめて示した図である。第3図は本発明及び従来法の装置構成を説明するための概略図、第4図は従来法について各工程順に炉温、雰囲気条件の関係を示した図である。第5図は多孔質母材の外径と、該母材中へのHe拡散時間の関係を示す図表である。

代理人	内	田	明
代理人	萩	原	亮一
代理人	安	西	博夫
代理人	平	石	利子

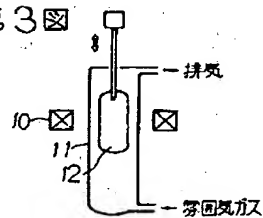
第1図



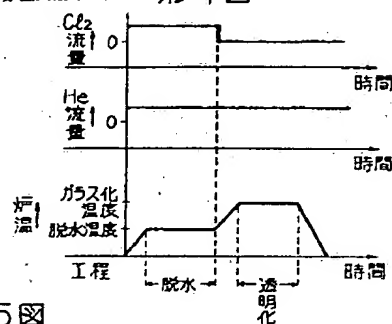
第2図



第3図



第4図



第5図

